Iranian Food Science and Technology Research Journal
Homepage: https://ifstrj.um.ac.ir

Research Article
Vol. 20, No. 5, Dec.-Jan. 2024, p. 499-515

Influence of *k*-Carrageenan on Whey Protein Isolate Cold-Set Emulsion Filled Gel: A Rheological and Mechanical Study

M.R. Salahi[1,3], S.M.A. Razavi[2,3*], M. Mohebbi[2]

1 and 2- Ph.D. Graduated and Professor, Department of Food Science and Technology, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran, respectively.
(*- Corresponding Author Email: s.razavi@um.ac.ir)
3- Center of Excellence in Native Natural Hydrocolloids of Iran, Ferdowsi University of Mashhad (FUM), Mashhad, Iran

Received: 16.04.2023 Revised: 18.05.2023 Accepted: 01.07.2023 Available Online: 02.07.2023	**How to cite this article:** Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2024). Influence of k-Carrageenan on whey protein isolate cold-set emulsion filled gel: A rheological and mechanical study. *Iranian Food Science and Technology Research Journal, 20*(5), 499-515.(In Persian with English abstract). https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251

Introduction

Emulsion-filled gel is a sort of gel system that traps oil droplets as a filler and contains a wide range of semi-solid to solid food products. It can also be utilized as a dual system to distribute and control the release of both lipophilic and hydrophilic bioactive and micronutrient substances. The main polymers involved in gel formation in food products are proteins and polysaccharides. Using molecular interactions between biopolymers, a wide range of rheological and physicochemical properties of gels can be methodically created. As a result, the interaction between proteins and polysaccharides has received a lot of attention in order to generate novel products. Because of their functional qualities and high nutritional value, whey proteins are frequently used in the food industry. As a result, mixed gels based on whey protein have gained a lot of attention. *k*-Carrageenan is commonly utilized in the food industry as a gelling and firming agent. Because *k*-Carrageenan, like whey protein isolate, can form a gel independently, its interaction with whey protein isolate in emulsion gel systems appears appealing. Therefore, in this study, the effect of *k*-Carrageenan gum (0.0, 0.1, 0.3, 0.5, and 0.7%) on the textural (uniaxial compression test), rheological (steady shear, strain sweep, and frequency sweep tests), and water holding capacity of cold-set emulsion-filled gel based on whey protein isolate was investigated.

Materials and Methods

Whey protein isolate (WPI) (98.9% protein, dry basis) was given as a gift by Agropur Ingredients Co. (Le Sueur, Minnesota, USA). k-Carrageenan and $CaCl_2$ (m_w: 147.01 gr/mol) were purchased from Sigma Aldrich Co. (USA) and Merck Co. (Darmstadt, Germany), respectively. Sunflower oil was supplied from local supermarket. Stock dispersions of WPI and k-Carrageenan were prepared by dissolving sufficient amounts of their powders in deionized water. To prepare uniform oil in water emulsion, sunflower oil was added to the WPI dispersion and the obtained mixture homogenized first using a laboratory rotor-stator homogenizer (15000 rpm, 3 min), then by an ultrasonic homogenizer (20 kHz, 5 min). The prepared emulsion and k-Carrageenan dispersions were poured into Schott bottles and heated in a water bath (90 °C, 40 min). WPI emulsion and AG dispersion were mixed in a cylindrical container on a stirring plate at a speed of 600 rpm for 6-8 min to obtain a homogeneous mixture. After decreasing the temperature to 60 °C for the ion-induced gelation, the mixtures were charged with $CaCl_2$ (10 mM). The prepared samples were incubated in a refrigerator overnight to stabilize the 3D network. The final mixed EFG samples contained 5.5% WPI, 20% oil, and 0, 0.1, 0.3, 0.5, and 0.7% (w/w) of *k*-carrageenan. The tests performed on emulsion-filled gel samples were: 1) steady shear (0.01-10 s^{-1}), 2) strain sweep (strain: 0.1-1000%, frequency: 1 Hz), 3) frequency sweep (frequency: 0.1-100 Hz, strain: 0.5%), 4) uniaxial compression (target strain: 80%, deformation speed:1 mm/s), and 5) water holding capacity (by utilizing a microcentrifuge, 600×g for 10 min).

https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251

Results and Discussion

According to the results of steady shear test, all samples had a shear thinning behavior, and based on the power-law model, this behavior was intensified in the presence of *k*-Carrageenan; and with increasing the gum concentration from 0 to 0.7%, the consistency coefficient increased from 339.9 to 545.7 Pa.s. In the strain sweep test, with the increase in the gum concentration, the values of the elastic and viscous modulus in the linear region and the modulus at the crossover point increased, and tan δ_{LVE} decreased from 0.17 to 0.13, which indicated an increase in the strength of the emulsion gel network structure. Based on the frequency sweep test, with the increase in *k*-Carrageenan concentration, the parameters K' and K'', network strength and network expansion increased from 5311.8 Pa, 939.9 Pa, 1.5380 Pa.s$^{1/z}$ and 10.05 in the control sample to 25080 Pa, 3574.9 Pa, 16097.7 Pa.s$^{1/z}$ and 16.41 in the sample containing 0.7% *k*-Carrageenan, respectively. Moreover, the frequency dependency of elastic modulus decreased from 0.095 in the control sample to 0.050 in the 0.7% *k*-Carrageenan contained sample. According to the large deformation test, in general, in the composite emulsion-filled gels, the values of apparent modulus of elasticity and fracture stress were higher and fracture strain and fracture energy were lower than in the control sample. Also, the results showed that different *k*-Carrageenan concentrations had no significant effect on the water holding capacity.

Conclusion

The obtained results showed that *k*-Carrageenan had considerable influence on the rheo-mechanical features of cold-set emulsion-filled gels based on whey protein which can add to the knowledge base for the production of new functional foods.

Keywords: Cold set emulsion filled gel, *k*-Carrageenan, Rheology, Texture, Whey protein

نشریه پژوهشهای علوم و صنایع غذایی ایران
https://ifstrj.um.ac.ir

مقاله پژوهشی

جلد ۲۰، شماره ۵، آذر-دی ۱۴۰۳، ص. ۴۹۹-۵۱۵

تأثیر کاپاکاراگینان بر ژل پر شده امولسیونی سرد ایزوله پروتئین آب پنیر: یک مطالعه رئولوژیکی و مکانیکی

محمّدرضا صلاحی[۱ و ۳]- سید محمّد علی رضوی[۲ و ۳*]- محبّت محبّی[۲]

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۰۱/۲۷
تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۴/۱۰

چکیده

در پژوهش حاضر، اثر صمغ کاپاکاراگینان (۰، ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵ و ۰/۷ درصد) بر ویژگی‌های مکانیکی (آزمون فشاری تک محور)، رئولوژیکی (آزمون‌های برشی پایا، کرنش متغیر و فرکانس متغیر) و ظرفیت نگهداری آب ژل سرد پر شده امولسیونی مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر بررسی شد. طبق نتایج آزمون برشی پایا، تمامی نمونه‌ها دارای رفتار تضعیف شونده با برش بودند و بر اساس مدل قانون توان، در حضور کاپاکاراگینان این رفتار تشدید می‌شد؛ و با افزایش غلظت صمغ از صفر تا ۰/۷ درصد، مقدار ضریب قوام از ۳۳۹/۹ تا ۵۴۵/۷ پاسکال در ثانیه افزایش می‌یافت. در آزمون کرنش متغیر، با افزایش درصد صمغ مقادیر مدول الاستیک و ویسکوز در ناحیه خطی و مدول در نقطهٔ متقاطع افزایش یافتند و $\tan \delta_{LVE}$ از ۰/۱۷ به ۰/۱۳ کاهش پیدا کرد که بیانگر افزایش استحکام ساختار شبکه ژل امولسیون بود. بر اساس آزمون فرکانس متغیر، با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، پارامترهای K' و K''، قدرت شبکه و گسترش شبکه به‌ترتیب از ۵۳۱۱/۸ پاسکال، ۹۳۹/۹ پاسکال، ۵۳۸۰/۱ پاسکال در ثانیه و ۱۰/۰۵ در نمونهٔ ژل امولسیون شاهد تا ۲۵۰۸۰/۶ پاسکال، ۳۵۷۴/۹ پاسکال، ۱۶۰۹۷/۷ پاسکال در ثانیه و ۱۶/۴۱ در نمونهٔ حاوی ۰/۷ درصد کاراگینان افزایش یافتند. به‌طور کلی، در ژل‌های امولسیونی مرکب، مقادیر مدول ظاهری الاستیسیته و تنش شکست بیشتر و کرنش شکست و انرژی شکست کمتر از نمونه شاهد بود. همچنین، نتایج نشان داد که غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان اثر معنی‌داری بر ظرفیت نگهداری آب نمونه‌های ژل امولسیون نداشت. نتایج این پژوهش می‌تواند به دانش تولید غذاهای کاربردی جدید مبتنی بر برهمکنش پروتئین-پلی ساکارید بیفزاید.

واژه‌های کلیدی: بافت، پروتئین آب پنیر، رئولوژی، ژل سرد پر شده امولسیونی، کاپاکاراگینان

مقدمه

ژل پر شده امولسیونی[۲] نوعی سیستم ژلی است که در آن قطرات روغن به‌عنوان پر کننده به دام افتاده‌اند و طیف گسترده‌ای از محصولات نیمه‌جامد تا جامد مانند ماست، سس، بستنی، پنیر و گوشت‌های فرآوری شده را در صنایع غذایی در بر می‌گیرند (Liu *et al*., 2015; Farjami & Madadlou, 2019). از نظر ترمودینامیکی، ژل‌های پر شده امولسیونی پایداری بالایی دارند و به دلیل اینکه هر دو مزیت ژل و امولسیون را با هم دارند، می‌توانند به عنوان یک سیستم دوگانه برای تحویل و کنترل رهایش هر دو طیف ترکیبات زیست فعال و ریز مغذی چربی‌دوست و آب‌دوست مانند پروبیوتیک‌ها، آنزیم‌ها، ویتامین‌ها، کاروتنوئیدها، آلفا توکوفرول و نیز ترکیبات آرومایی مورد استفاده قرار گیرند (Bao Alavi *et al*., 2020; Maltais *et al*., 2020; Chen *et al*., 2020; Lu *et al*., 2019; Mao *et al*., 2018; *et al*., 2010). پروتئین‌ها و پلی ساکاریدها پلیمرهای اصلی در تشکیل ژل در محصولات غذایی هستند. طیف وسیعی از خواص رئولوژیکی و فیزیکوشیمیایی ژل‌ها می‌تواند به‌طور سیستماتیک بااستفاده از برهمکنش‌های مولکولی بین بیوپلیمرها توسعه یابد. از این‌رو، برهمکنش بین پروتئین‌ها و پلی‌ساکاریدها به منظور توسعه محصولات نوین بسیار مورد توجه قرار گرفته است

۱ و ۲- به‌ترتیب دانش‌آموخته دکتری و استاد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران
۳- قطب علمی هیدروکلوئیدهای طبیعی بومی ایران، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران
(*- نویسنده مسئول: Email: s.razavi@um.ac.ir)

https://doi.org/10.22067/ifstrj.2023.81976.1251

2- Emulsion-filled gel

(Xiong *et al*., 2017). برهمکنش‌های بین پروتئین و پلی‌ساکارید به ویژگی‌های آنها (مانند وزن مولکولی و چگالی بار) و نیز شرایط محیطی (مانند pH، حضور یون‌ها و دما) بستگی دارد (Behrouzian & Razavi, 2020; Çakır & Foegeding, 2011) در تهیه ژل امولسیون‌ها معمولا از پروتئین‌ها به‌دلیل داشتن هر دو خصوصیت امولسیفایری و ژل‌دهندگی به‌عنوان پایه ساختار ژل و از پلی‌ساکاریدها برای بهبود خواص رئومکانیکی و فیزیکوشیمیایی استفاده می‌شود (Salahi *et al*., 2024).

پروتئین‌های آب پنیر به دلیل خصوصیات عملکردی و ارزش غذایی بالا به‌طور گسترده در صنایع غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرند. لذا، ژل‌های ترکیبی مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر بسیار مورد توجه قرار گرفته اند. ایزوله پروتئین آب پنیر به‌طور عمده از پروتئین‌های کروی شامل بتالاکتوگلوبولین (۵۰ درصد) و آلفاکتالبومین (۲۰ درصد) تشکیل شده است (Behrouzian & Razavi, 2020). به‌منظور تشکیل ساختارهای ژلی، مولکول‌های کروی پس از دناتوره شدن، متراکم شده و به یکدیگر متصل می‌شوند و بسته به شرایط محیطی ساختارهایی با ویژگی‌های بافتی متفاوتی ایجاد می‌کنند.

کاپاکاراگینان[1] به‌طور گسترده به‌عنوان یک عامل ژل‌دهنده و سفت‌کننده ساختار در صنایع غذایی از جمله صنایع لبنیات مورد استفاده قرار می‌گیرد. از آنجا که کاپاکاراگینان همانند ایزوله پروتئین آب پنیر قادر به تشکیل ژل به‌صورت مستقل است، لذا برهمکنش آن با ایزوله پروتئین آب پنیر جذاب به نظر می‌رسد. پس از انجام فرآیند حرارتی و در مرحله سرد کردن، ژل شدن کاپاکاراگینان در یک فرآیند دو مرحله‌ای شامل انتقال کویل مارپیچی و سپس تجمع و تشکیل شبکه در حضور کاتیون‌ها رخ می‌دهد که خصوصیات فیزیکی ژل حاصل به غلظت پلیمر، نوع و غلظت کاتیون مورد استفاده و نیز سرعت سرد شدن محلول حرارت داده شده دارد (Çakır & Foegeding, 2011).

هنگامی که پروتئین‌ها و پلی‌ساکاریدها دو فاز بیوپلیمری را تشکیل می‌دهند، ژلاسیون معمولاً با ژل شدن فاز پروتئینی رخ می‌دهد. به طور کلی، ژل پروتئین‌ها با فرآیند حرارت تشکیل می‌شود که طی آن مولکول‌های پروتئین باز شده، به‌طور منظم متراکم شده و شبکه‌ای ایجاد می‌کنند که در نهایت منجر به ایجاد بافت ایده آلی در مواد غذایی می‌شود (Jiang *et al*., 2018). پروتئین‌های کروی می‌توانند از طریق روش گرم[2] یا روش سرد[3] به اشکال ژل‌های نرم تا جامد تبدیل شوند. در روش‌های گرم، فرآیند عملیاتی ساده‌تر است به‌طوری که پدیده‌های دناتوره شدن، تجمع و ژل شدن به‌طور هم‌زمان در طول عملیات حرارتی رخ می‌دهند. اما تشکیل ژل به روش سرد در دو مرحله انجام می‌شود: در مرحله اول، محلول پروتئینی تحت فرآیند حرارتی قرار می‌گیرد تا مولکول‌های پروتئین دناتوره شده، به توده‌های محلول تبدیل شوند. در واقع در این مرحله، تشکیل توده‌های محلول پس از فرآیند حرارتی برای ژل‌سازی به روش سرد بسیار ضروری است. پس از سرد کردن محلول پروتئینی حرارت داده شده در ژل سازی به روش سرد، تشکیل ژل با اضافه کردن نمک‌هایی مانند NaCl و $CaCl_2$ (ژل شدن سرد ناشی از نمک)، یا با اضافه کردن اسیدی کننده‌هایی مانند گلوکونو دلتا لاکتون (ژل شدن سرد ناشی از اسید)، یا با اضافه کردن آنزیمی مانند ترانس گلوتامیناز (ژل شدن سرد ناشی از آنزیم) و یا استفاده از مخلوطی از این عوامل انجام می‌گیرد (Salahi *et al*., 2022a). روش‌های سرد نسبت به روش‌های گرم مزایای بیشتری دارند به‌عنوان مثال، روش‌های سرد می‌توانند از اجزای غذایی حساس به حرارت مانند ویتامین B_1 و پروبیوتیک‌ها محافظت کنند، همچنین کنترل بیشتری روی شکل نهایی، ساختار و بافت ژل وجود دارد (Kazemi-Taskooh & Varidi, 2021).

هدف از انجام این پژوهش، ایجاد درک بهتر در مورد ساختار ژل های پر شده امولسیونی مرکب تهیه شده به روش سرد حاصل از مخلوط ایزوله پروتئین آب پنیر و پلی‌ساکارید کاپاکاراگینان بر اساس آزمون‌های مکانیکی، رئولوژیکی و فیزیکوشیمیایی است.

مواد و روش‌ها

مواد

ایزوله پروتئین آب پنیر از شرکت آگروپور (Le Sueur, Minnesota, USA) تهیه شد که طبق آنالیز ارائه شده توسط شرکت متشکل از ۹۸/۹ ٪ پروتئین (بر مبنای وزن خشک)، ۰/۳ ٪ چربی، ۱/۷ ٪ خاکستر و ۴/۶ ٪ رطوبت با مقدار pH=۶/۹ (محلول ۱۰٪) بود (شماره سری ساخت: JE ۰۶۰-۱۹-۴۲۰). روغن آفتابگردان (ساخت شرکت اویلا) از یک سوپر مارکت تهیه و به‌طور مستقیم و بدون انجام فرآیندهای خالص‌سازی مورد استفاده قرار گرفت. صمغ کاپاکاراگینان از شرکت سیگما آلدریچ (آمریکا)، تهیه شد. نمک کلسیم کلرید دهیدراته ($CaCl_2.2H_2O$، با وزن مولکولی ۱۴۷/۰۱ gr/mol) نیز از شرکت مرک (Darmstadt, Germany) خریداری شد.

1- k-Carrageenan
2- Heat-set
3- Cold-set

آماده‌سازی نمونه‌ها

تهیه محلول صمغ

به‌منظور تهیه دیسپرسیون‌های صمغ کاپاکاراگینان، مقادیر لازم از پودر صمغ به آرامی همراه با مخلوط کردن توسط همزن مغناطیسی به آب دیونیزه اضافه شدند. عمل هم زدن با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه و تا زمان تکمیل فرآیند انحلال و جذب آب توسط صمغ در دمای محیط ادامه داشت. پس از آن محلول صمغ به‌مدت ۲۴-۱۸ ساعت جهت انجام هیدراتاسیون کامل مولکول‌های صمغ در دمای یخچال (۴ درجه سانتی‌گراد) نگهداری شدند. صمغ کاپاکاراگینان بر اساس ایجاد غلظت‌های ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵ و ۰/۷ درصد در نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی تهیه شدند.

تهیه امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر

در ابتدا ایزوله پروتئین آب پنیر به آرامی حین هم زدن به آب دیونیزه اضافه شد. به‌منظور هیدراتاسیون کامل پروتئین‌ها، دیسپرسیون به‌مدت ۲ ساعت و با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه توسط همزن مغناطیسی در دمای محیط همزده شد. سپس، مقدار مناسبی از روغن آفتابگردان برای ایجاد غلظت ۲۰ درصد وزنی-وزنی در فرمولاسیون نهایی، به دیسپرسیون ایزوله پروتئین آب پنیر اضافه شد و مخلوط حاصل به‌مدت ۱ ساعت دیگر هم زده شد. به‌منظور هموژنیزه کردن مخلوط حاصل، از دستگاه همگن‌ساز التراتوراکس (مدل IKA، آلمان) با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه به‌مدت ۳ دقیقه و در دمای محیط استفاده شد. در ادامه، به‌منظور یکنواختی بیشتر امولسیون، از دستگاه اولتراسونیک (مدل UHP-۴۰۰، ۲۰ kHz، ساخت شرکت توسعه فناوری مافوق صوت، ایران) مجهز به یک پروب استوانه‌ای از جنس تیتانیوم و با قطر ۱۳ میلی‌متر استفاده شد. پروب دستگاه به اندازه ۲ سانتی‌متر در داخل نمونه‌ها فرو برده شد و عمل هموژنیزاسیون به‌مدت ۵ دقیقه و به‌صورت پالسی (۲۰ ثانیه روشن، ۱۰ ثانیه) خاموش انجام شد. با استفاده از یک حمام آب سرد، دمای نمونه‌ها طی فرآیند سونیکاسیون در محدوده ۳۰-۲۵ درجه سانتی‌گراد ثابت نگه داشته شد (Salahi *et al.*, 2024).

تهیه نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی

امولسیون‌های تهیه شده درون بطری‌های شیشه‌ای ریخته شده و درون حمام آب داغ به‌مدت ۴۰ دقیقه در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شدند. برای صمغ کاپاکاراگینان نیز فرآیند حرارتی مشابهی انجام گرفت. بلافاصله پس از انجام فرآیند حرارتی، صمغ کاپاکاراگینان با امولسیون حرارت دیده درون ظروف پلاستیکی با قطر داخلی ۵۵ میلی‌متر مخلوط شده و روی همزن مغناطیسی با سرعت ۶۰۰ rpm برای ایجاد یک مخلوط یکنواخت همزده شدند. پس از کاهش دمای مخلوط به ۶۰-۵۵ درجه سانتی‌گراد، به‌منظور تشکیل ژل، مقدار مناسبی از محلول ۵ درصد از نمک $CaCl_2$ تهیه شده برای ایجاد غلظت ۱۰ میلی‌مولار در فرمولاسیون نهایی به سیستم اضافه شد و سپس به‌منظور پخش یکنواخت نمک در نمونه‌های ژل، عمل هم زدن به‌مدت ۲ دقیقه و با سرعت ۶۰۰ دور بر دقیقه انجام شد. در پایان، به‌منظور تکمیل تشکیل ساختار ژل، نمونه‌ها به‌مدت یک شب در یخچال با دمای ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند. در پایان این بخش ۵ نمونه ژل امولسیون شامل یک نمونه ژل امولسیون شاهد حاوی ۵/۵ درصد از ایزوله پروتئین آب پنیر و ۲۰ درصد از روغن به همراه نمونه‌های ژل امولسیون مرکب حاوی کاپاکاراگینان با غلظت‌های ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵ و ۰/۷ درصد تهیه شدند. قبل از انجام ارزیابی‌های خصوصیات ژل‌های امولسیونی تهیه شده، نمونه‌ها جهت رسیدن به دمای محیط به‌مدت یک ساعت در دمای ۲۲-۲۰ درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند.

آزمون‌ها

آزمون‌های رئولوژیکی

برای ارزیابی خواص رئولوژی نمونه‌ها از دستگاه رئومتر پارافیزیکا (مدل MCR ۳۰۱، شرکت Anton Paar) مجهز به پروب صفحه موازی با قطر ۵۰ میلی‌متر و اندازه گپ ۲۰۰۰ میکرومتر استفاده شد. تمامی آزمون‌ها در دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. برای کنترل دما از سیستم Peltier (Viscotherm VT2) مجهز به سیرکولاتور سیال با دقت ۰/۰۱ درجه سانتی‌گراد استفاده شد. برای ایجاد تعادل دمایی، قبل از شروع آزمون‌ها، نمونه‌ها به مدت ۳-۵ دقیقه در این دما قرار داشتند. داده‌های حاصل از آزمون‌های رئولوژیکی توسط نرم‌افزار رئوپلاس نسخه ۳/۴۰ ثبت شدند. همچنین برای برازش داده‌ها از نرم افزار متلب نسخه ۲۰۱۷b استفاده شد.

آزمون رئولوژیکی برشی پایا

اثر درجه برش بر رفتار رئولوژیکی نمونه‌ها در دامنه ۰/۰۱-۱۰ s^{-1} ارزیابی گردید. به‌منظور توصیف کمی خصوصیات رئولوژیکی پایا در نمونه‌های ژل امولسیون از مدل قانون توان[1] (معادله ۱) استفاده شد:

$$\eta_a = k\dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (۱)$$

که در این مدل η_a نشان‌دهنده ویسکوزیته ظاهری (Pa.s)، k نشان‌دهنده ضریب قوام ($Pa.s^n$)، $\dot{\gamma}$ نشان‌دهنده درجه برش (s^{-1}) و n نشان‌دهنده شاخص رفتار جریان (بدون واحد) هستند (Salahi *et al.*, 2022b):

1- Power-law

آزمون‌های رئولوژیکی برشی دینامیک نوسان کم[1]

آزمون کرنش متغیر

در این پژوهش با استفاده از آزمون کرنش متغیر در دامنه کرنش ۰/۱۰۰۰-۱ درصد خصوصیات ویسکوالاستیک نمونه‌های ژل‌های پر شده امولسیونی در میزان فرکانس ثابت ۱ Hz مورد ارزیابی قرار گرفت. پارامترهای مورد بررسی حاصل از این آزمون شامل مدول الاستیک (G'_{LVE}, Pa)، مدول ویسکوز (G''_{LVE}, Pa)، مقدار تانژانت اتلاف ($tan\ \delta_{LVE}$)، ناحیه کرنش خطی (γ_L، درصد)، مقدار کرنش در نقطه جریان (γ_F، درصد)، تنش در نقطه جریان (τ_F, Pa)، و مدول متناظر آن ($G_F: G' = G''$, Pa) بودند (Razi *et al.*, 2018; Razavi & Behrouzian, 2020).

آزمون فرکانس متغیر

برای ارزیابی طیف مکانیکی نمونه‌های ژل امولسیون، آزمون فرکانس متغیر در دامنه فرکانس ۰/۰۱ تا ۱۰۰ هرتز و در دمای ثابت ۲۰ درجه سانتی‌گراد در ناحیه ویسکوالاستیک خطی[2] (LVE) و تحت کرنش ثابت ۰/۵ درصد انجام شد. به‌منظور ارزیابی میزان وابستگی به فرکانس مدول‌های الاستیک و ویسکوز ژل‌های امولسیونی از مدل توانی (معادله‌های ۲ و ۳) استفاده شده است:

$$G' = K' \times \omega^{n'} \quad (۲)$$

$$G'' = K'' \times \omega^{n''} \quad (۳)$$

که در این معادله‌ها، K' (Pa.s^n) و K'' (Pa.s^n) به‌ترتیب عرض از مبدأ منحنی لگاریتمی مدول الاستیک و ویسکوز در برابر فرکانس زاویه‌ای را نشان می‌دهند که به‌ترتیب نشان‌دهنده سفتی شبکه و ضریب قوام ژل‌های امولسیونی هستند. همچنین، پارامترهای n' و n'' به‌ترتیب نشان‌دهنده میزان وابستگی مدول الاستیک و مدول ویسکوز به فرکانس هستند. مقدار K''/K' (بدون بعد) نمونه‌های ژل امولسیون نیز مورد بررسی قرار گرفت. این پارامتر مقدار متوسط تانژانت اتلاف را در طول بازه فرکانسی مورد مطالعه نشان می‌دهد که برای محاسبه نسبت جزء ویسکوز به جزء الاستیک در یک سیستم مورد استفاده قرار می‌گیرد.

علاوه بر این، به‌منظور تعیین قدرت ژل‌های امولسیونی تهیه شده، مقادیر مدول کمپلکس در برابر فرکانس به‌وسیله معادله ۴ برازش داده شدند:

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} = A \times \omega^{1/z} \quad (۴)$$

که در این معادله، G^* بیانگر ویسکوزیته کمپلکس (Pa)، A توصیف‌کننده قدرت شبکه (Pa.$s^{1/z}$) و مقدار z نشان‌دهنده تعداد اتصالات (بدون بعد) هستند (Khubber *et al.*, 2021).

ارزیابی خواص مکانیکی بافتی ژل‌های امولسیونی

آزمون فشاری تک محوره نمونه‌های ژل امولسیون توسط دستگاه آنالیز بافت (مدل CNS Farnell Com, UK) و در دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. در این آزمون از پروب استوانه‌ای مدل TA25/1000 با قطر ۵۰ میلی‌متر استفاده شد. سرعت حرکت پروب در هر دو مرحله بارگذاری و باربرداری برابر با ۱ میلی‌متر بر ثانیه بود. میزان بار شروع[3] ثبت داده‌ها ۰/۰۵ نیوتن بود. نمونه‌ها به‌مدت ۱ ساعت قبل از انجام آزمون درون انکوباتور یخچال‌دار برای رسیدن به دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شدند. در ادامه، نمونه‌های ژل امولسیون به شکل استوانه و با ابعاد ۲۰ در ۲۰ میلی‌متر تهیه شدند. نمونه‌ها تا میزان کرنش ۸۰ درصد طبق شرایط بیان شده تحت فشار قرار گرفتند. برای ارزیابی پارامترهای بافتی از نرم‌افزار Brookfield TexturePro CT v1.0 استفاده شد. آزمون بافتی حداقل در سه تکرار و روی نمونه‌های تهیه شده در روزهای مختلف انجام شد. پارامترهای مورد بررسی عبارت بودند:

تنش شکست واقعی[4]: مقدار تنش در اولین انحناء مشاهده شده در نمودار تنش شکست واقعی-کرنش شکست واقعی که نشان دهنده ایجاد یک شکست مشخص در ساختار است.

کرنش شکست واقعی[5]: مقدار کرنش در اولین انحناء مشاهده شده در نمودار تنش شکست واقعی-کرنش شکست واقعی که نشان‌دهنده ایجاد یک شکست مشخص در ساختار است.

انرژی شکست: مساحت زیر منحنی تنش شکست-کرنش شکست تا نقطه شکست. و

مدول ظاهری الاستیسیته[6]: شیب ناحیه خطی محاسبه شده در نمودار تنش شکست واقعی-کرنش شکست واقعی تا مقدار کرنش واقعی ۱۵ درصد.

ظرفیت نگهداری آب[7]

برای این منظور از دستگاه میکروسانتریفیوژ مطابق با روش اوربونایت و همکاران (Urbonaite *et al.*, 2014) با کمی تغییر

1- Small amplitude oscillatory shear
2- Linear viscoelastic region
3- Trigger load
4- True fracture stress
5- True fracture strain
6- Apparent modulus of elasticity
7- Water holding capacity

استفاده شد. ژل‌های امولسیونی با استفاده از چوب‌پنبه سوراخ‌کن با ابعاد ۱۰ میلی‌متر ارتفاع و ۴/۸ میلی‌متر قطر برش داده شدند. سپس بااستفاده از میکرواسپاتول، نمونه‌ها درون میکروتیوب‌های فیلتر دار ۲ میلی‌لیتری قرار داده شدند. این میکروتیوب‌ها درون تیوب‌های دیگری قرار گرفتند تا سرم رهایش یافته از ساختار ژل که از فیلتر عبور می‌کند در طی عمل سانتریفیوژ درون آن جمع آوری شود. عمل سانتریفیوژ با سرعت g ۶۰۰ به‌مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. پس از انجام عمل سانتریفیوژ، مایع زهکشی شده از تیوب داخلی به تیوب خارجی منتقل شده و تفاوت وزن بین تیوب خارجی قبل و بعد از سانتریفیوژ مطابق فرمول ۵ برای محاسبه میزان سرم رهایش یافته از ساختار ژل امولسیون مورد استفاده قرار گرفت:

$$\text{ظرفیت نگهداری آب}\ (\%) = \frac{W_T - W_g}{W_T} \times 100 \qquad (۵)$$

که در این معادله، W_T مقدار آب در نمونه‌های ژل امولسیون قبل از انجام سانتریفیوژ (برحسب گرم) و W_g مقدار آب خارج شده از نمونه‌ها طی انجام عمل سانتریفیوژ است. میزان آب موجود در ژل‌های امولسیونی با خشک کردن نمونه‌ها در دمای ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد به‌مدت ۱۰ ساعت در آون تعیین شد. ظرفیت نگهداری آب برای دو نمونه از هر تیمار در دو روز مختلف انجام شد و هر نمونه تهیه شده سه بار مورد تکرار قرار گرفت (۶ تکرار برای هر تیمار).

آنالیز آماری

تجزیه و تحلیل آماری داده‌های مربوط به ویژگی‌های رئومکانیکی و ظرفیت نگهداری آب ژل‌های پر شده امولسیونی به‌صورت آنالیز واریانس یک‌طرفه (one-way ANOVA) در سطح اطمینان ۹۵ درصد ($P<۰/۰۵$) با استفاده از نرم‌افزار Minitab نسخه ۱۸ انجام شد. همچنین، برای مقایسه میانگین‌ها از آزمون Tukey استفاده شد. برازش داده‌ها با نرم‌افزار Matlab نسخه ۲۰۱۷b و رسم نمودارها با نرم‌افزار Excel نسخه ۲۰۱۹ انجام شد.

نتایج و بحث

آزمون تنش برشی پایا

رفتار جریان نمونه‌های ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر به عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان در بازه درجه برشی s^{-1} ۱۰ – ۰/۰۱ در شکل ۱ نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشخص است در تمامی نمونه‌ها، با افزایش درجه برش ویسکوزیته ظاهری کاهش یافته که نشانگر رفتار غیر نیوتنی تضعیف شونده با برش آنها است. رفتار تضعیف شونده با برش بیانگر آن است که در این بازه از درجه برش سرعت تشکیل پیوندهای بین مولکولی از سرعت تخریب آنها کمتر است. این نوع رفتار برای اکثر محلول‌های هیدروکلوئیدی قابل مشاهده است که ناشی از وزن مولکولی بالا و درگیری‌ها و تجمعات پلیمری است. رفتار تضعیف شونده با برش برای هیدروکلوئیدهای آگار، کاراگینان و پکتین (Alghooneh, 2019 ; Marcotte *et al.*, 2001)، گزارش شده است.

به‌منظور تعیین خصوصیات جریان نمونه‌های ژل امولسیون، مدل‌های مختلفی از جمله قانون توان، هرشل بالکلی[1]، کراس[2]، کاریو[3] و سیسکو[4] روی داده‌های رفتار جریان پایا مورد برازش قرار گرفتند. اما همان‌طور که در شکل ۱ قابل مشاهده است داده‌ها در ناحیه قانون توان قرار دارند لذا قابل پیش‌بینی بود که مدول قانون توان به‌عنوان بهترین گزینه برای انجام برازش باشد. بر اساس این مدل، میزان ضریب قوام (k) در نمونه شاهد برابر با $Pa.s^n$ ۳۳۹/۹ بود (جدول ۱). نتایج نشان داد با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، مقدار k در نمونه‌های ژل امولسیون افزایش یافته و در محدوده $Pa.s^n$ ۵۴۵/۷– ۴۶۸/۴ قرار داشت. ظرفیت زنجیره‌های پلیمری برای تشکیل ساختارهای سه‌بعدی می‌تواند دلیل افزایش ویسکوزیته ظاهری ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر در حضور پلی‌ساکاریدها باشد.

مقدار شاخص رفتار جریان (n) در نمونه شاهد بر اساس مدل قانون توان برابر با ۰/۰۶۴ بود. مقدار پارامتر n در نمونه‌های حاوی صمغ کاپاکاراگینان کمتر از نمونه شاهد بوده در محدوده ۰/۰۳۸– ۰/۰۱۹ قرار داشت. این نتایج نشان‌دهنده رفتار بسیار تضعیف‌شونده با برش نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده است. پارامتر n شدت تغییرات ویسکوزیته را در برابر درجه برش نشان می‌دهد. مقادیر پایین به‌دست آمده برای n با توجه به تغییرات زیاد ویسکوزیته ظاهری در برابر تغییرات کم درجه برش قابل توجیه است. به‌عنوان مثال، در نمونه شاهد مقدار ویسکوزیته از حدود Pa.s ۲۵۰۰۰ در درجه برش s^{-1} ۰/۰۱ به حدود Pa.s ۱۲/۵ در درجه برش s^{-1} ۱۰ کاهش پیدا می‌کند، یعنی در این بازه محدود از درجه برش، مقدار ویسکوزیته ظاهری حدود ۲۰۰۰ مرتبه کاهش پیدا کرده است. به‌طور مشابه، لیو و همکاران (Liu *et al.*, 2022) گزارش کردند که ژل‌های امولسیونی حاصل از ایزوله پروتئین آب پنیر–آلژینات سدیم که با استفاده از روش امولسیون لایه به لایه تشکیل شده بودند، بسیار به درجه برش حساس بوده و ویسکوزیته ظاهری با افزایش درجه برش به شدت کاهش پیدا می‌کرد به‌طوری‌که مقدار آن از حدود Pa.s ۸۶۰۰۰ در درجه برش s^{-1} ۰/۱ به کمتر از Pa.s ۱۰۰۰ در درجه برش s^{-1} ۱۰ می‌رسید. همچنین، مقدار n مشابهی (۰/۰۱۹) برای پروتئین‌های

1- Herschel-Bulkley
2- Cross
3- Carreau
4- Sisko

فیبریل شده سفیده تخم‌مرغ که از حرارت دادن محلول پروتئینی در شرایط اسیدی با زمان انکوباسیون ۴۸ ساعت تشکیل شده بود، گزارش شده است (Alavi *et al*., 2020).

کرنش متغیر

نمودارهای کرنش متغیر به‌دست آمده نمونه‌های ژل امولسیون به‌عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان در شکل ۲ و نتایج پارامترهای حاصل از این آزمون در جدول ۲ ارائه شده‌اند. طبق نتایج به دست آمده، در آزمون کرنش متغیر می‌توان دو ناحیه را از یکدیگر جدا کرد: ۱) یک ناحیه LVE که در آن G' و G'' تقریباً موازی یکدیگر هستند و مقادیر ثابتی دارند و مقدار G' در این بخش در تمامی نمونه‌ها بالاتر از مقدار G'' است که نشان‌دهنده رفتار جامد-مانند در نمونه‌ها در مقیاس زمانی ۱ Hz است؛ ۲) یک ناحیه غیر خطی که در این بخش مقادیر G' و G'' با افزایش کرنش روند کاهشی پیدا کرده و در نقطه‌ای یکدیگر را قطع می‌کنند و پس از این نقطه مقادیر G'' بالاتر از مقادیر G' می‌شود. همان‌طور که در شکل ۲ مشخص است، مدول ویسکوز بعد از ناحیه خطی در ابتدا افزایش و سپس کاهش پیدا می‌کند و بنابراین، رفتار نمونه‌ها از نوع جهش ضعیف با کرنش[1] است که این رفتار نشان‌دهنده پیچیدگی ساختاری بالای نمونه‌ها است (Hyun *et al*., 2002). انجام آزمون‌ها در ناحیه LVE یکنواختی ساختاری نمونه‌ها را تضمین می‌کند و پارامترهای ویسکوالاستیکی به‌دست آمده در این ناحیه نشان‌دهنده خواص واقعی نمونه‌ها هستند که می‌توانند برای کنترل کیفیت محصولات غذایی مفید باشد (Moreno *et al*., 2020).

مقادیر G'_{LVE} و G''_{LVE} در نمونه ژل امولسیون شاهد به‌ترتیب برابر با ۴۴۳۸/۳ و ۷۵۱/۴ Pa بود. در تمامی نمونه‌های ژل امولسیون مرکب، مقدار پارامترهای G'_{LVE} و G''_{LVE} بالاتر از نمونه شاهد بوده و با افزایش غلظت صمغ افزایش پیدا می‌کردند و بیشترین مقدار این پارامترها در نمونه حاوی ۰/۷ درصد از کاپاکاراگینان به‌ترتیب برابر با ۱۵۸۸۳/۵ و ۲۰۶۶/۷ پاسکال بود. این نتایج بیانگر تقویت رفتار شبه جامدی شبکه ژلی ایزوله پروتئین آب پنیر در حضور پلی‌ساکارید کاپاکاراگینان در مقیاس زمانی ۱ هرتز است.

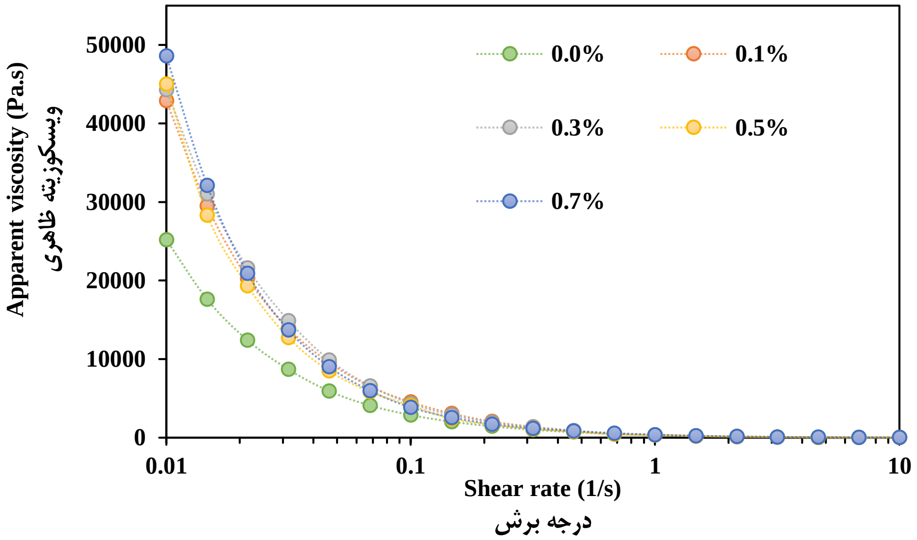
پارامتر $tan\ \delta_{LVE}$، که به‌صورت نسبت G''_{LVE} به G'_{LVE} تعریف می‌شود، بیانگر رفتار فیزیکی نمونه‌ها است. همان‌طور که در جدول ۲ نشان داده شده است، مقادیر $0/1 < tan\delta_{LVE} < 1$ است که بیانگر آن است که نمونه‌ها ژل واقعی نیستند و ساختاری بین بیوپلیمر با غلظت بالا و ژل واقعی[2] دارند (وجود ساختار الاستیک در ژل بیوپلیمر ضعیف). مقدار $tan\ \delta_{LVE}$ در نمونه شاهد برابر با ۰/۱۷ بوده و اضافه کردن صمغ کاپاکاراگینان به‌طور معنی‌داری مقدار این پارامتر را کاهش می‌دهد و به مقدار ۰/۱۳ در غلظت ۰/۷ درصد از این صمغ می‌رسد که نشان‌دهنده آن است که با افزایش غلظت کاپاکاراگینان، نمونه‌ها به سمت تشکیل ساختار ژل واقعی حرکت می‌کنند ($tan\ \delta_{LVE} > 0/1$). مقدار $tan\ \delta_{LVE}$ برای صمغ کاپاکاراگینان، در غلظت ۱٪ و در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد برابر با ۰/۰۷ گزارش شده است (Alghooneh, 2019).

پارامتر γ_L بیانگر طول ناحیه ویسکوالاستیک خطی است و حداکثر کرنشی را نشان می‌دهد که پس از آن مدول الاستیک شروع به کاهش می‌کند. همان‌طور که در جدول ۲ مشخص است، بالاترین مقدار γ_L در نمونه شاهد مشاهده شد (۲/۵۳ درصد). در حضور کاپاکاراگینان مقدار γ_L کاهش پیدا کرد و با افزایش درصد صمغ شدت کاهش مقدار γ_L مشهودتر بود به‌طوری‌که کمترین مقدار γ_L در نمونه ژل امولسیون حاوی ۰/۷ درصد کاپاکاراگینان مشاهده شد (۰/۸۶ درصد). این رفتار نشان می‌دهد که در حضور صمغ کاپاکاراگینان، ساختار ژل امولسیون ایزوله پروتئین آب پنیر نسبت به کرنش در تغییر شکل‌های کوچک‌تر شکننده‌تر می‌شود (Behrouzian & Razavi, 2020). همان‌طور که در شکل ۲ مشخص است، در تمامی نمونه‌ها، مدول‌های الاستیک و ویسکوز به وضوح در ناحیه غیر خطی کاهش پیدا کرده و در نقطه‌ای با یکدیگر تلاقی پیدا می‌کنند. مقدار مدول در نقطه تقاطع (G_F) می‌تواند به‌عنوان یک شاخص خوب برای توصیف استحکام یک سازه در نقطه شروع جریان مورد استفاده قرار بگیرد (Alghooneh, 2019). مقدار پارامتر G_F با افزایش غلظت کاپاکاراگینان افزایش پیدا کرده و از مقدار ۱۰۵۳/۴۰ پاسکال در نمونه شاهد به مقدار ۲۷۹۰/۰۸ در ژل امولسیون مرکب حاوی ۰/۷ درصد از صمغ می‌رسید.

پارامتر τ_F بیانگر میزان تنش در نقطه تقاطع است و لذا حداکثر مقاومت سازه را در مقابل تخریب و وقوع جریان نشان می‌دهد (Sun & Gunasekaran, 2009). مقدار این پارامتر در تمامی ژل‌های امولسیونی مرکب بالاتر از مقدار آن در نمونه شاهد بوده (Pa ۳۲۷/۷۶) بوده و بیشترین مقدار آن در نمونه حاوی ۰/۵ درصد از کاپاکارگینان مشاهده شد (۴۷۵/۸۲).

مقدار کرنش در نقطه جریان (γ_F) نیز مورد محاسبه قرار گرفت. در نمونه ژل امولسیون شاهد γ_F برابر با ۲۲/۰۸ درصد بوده و مقدار آن در ژل‌های امولسیونی مرکب تحت تأثیر غلظت پلی‌ساکارید قرار داشته به‌طوری‌که غلظت ۰/۷ درصد کاپاکاراگینان سبب کاهش چشمگیر مقدار این پارامتر شده (۹/۷۳ درصد) که بیانگر تردی بالای این نمونه است.

1- Weak strain overshoot
2- True gel



شکل ۱- اثر غلظت کاپاکاراگینان بر ویسکوزیته ظاهری ژل‌های پر شده امولسیونی
Fig. 1. Effect of *k*-Carrageenan concentration on the apparent viscosity of emulsion-filled gels

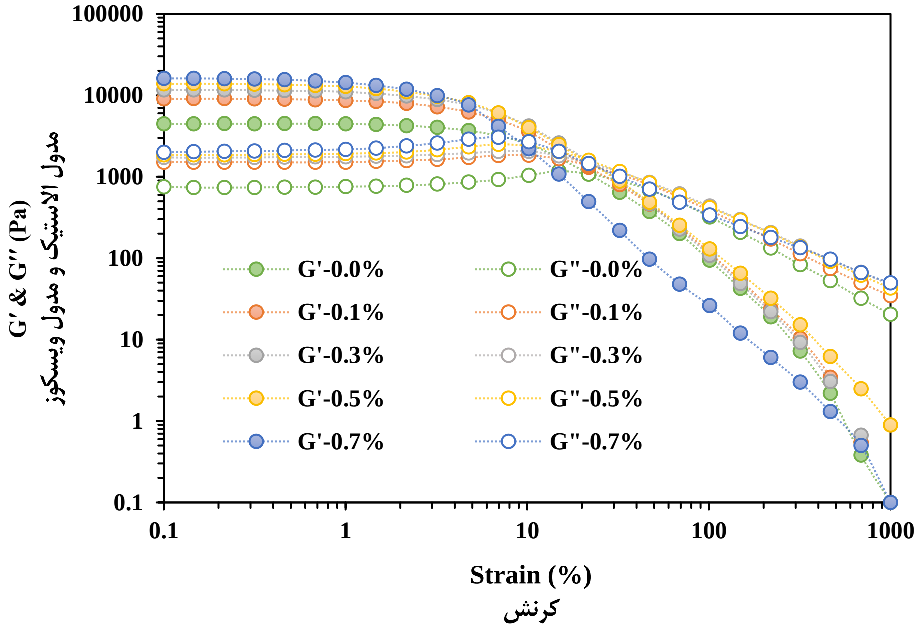
جدول ۱- پارامترهای رئولوژیکی برشی ثابت ژل‌های پر شده با امولسیون در غلظت‌های مختلف کاپاکاراگینان بر اساس مدل قانون توان
Table 1- Steady shear rheological parameters of emulsion-filled gels at different concentrations of *k*-Carrageenan based on the power-law model

k-Carrageenan (%) کاپا کاراگینان	k ($Pa.s^n$) ضریب قوام	n (-) شاخص رفتار جریان	R^2 ضریب تعیین
0.0	339.9 ± 24.03 [b]	0.064 ± 0.005 [a]	0.999
0.1	468.4 ± 19.9 [a]	0.019 ± 0.003 [c]	0.999
0.3	497.5 ± 35.2 [a]	0.023 ± 0.003 [bc]	0.999
0.5	513.2 ± 36.3 [a]	0.038 ± 0.005 [b]	0.994
0.7	545.7 ± 40.1 [a]	0.032 ± 0.004 [bc]	0.995

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در P<۰/۰۵ است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.
Different superscripts in each column represent a significant difference at P < 0.05. Data are means ± standard deviation.

فرکانس متغیر

آزمون فرکانس متغیر واکنش ماده به یک تغییر شکل ثابت در بازه‌های زمانی مختلف را نشان می‌دهد. نمودارهای فرکانس متغیر نمونه‌های ژل امولسیون در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشخص است، در تمامی دامنه فرکانس اعمال شده، مقدار مدول الاستیک بزرگ‌تر از مدول ویسکوز بوده و نمودارهای آنها کاملاً با یکدیگر موازی هستند و در هیچ نقطه‌ای همدیگر را قطع نکرده و نیز وابستگی اندکی به فرکانس از خود نشان می‌دهند. این نتایج تائید کننده شبکه سه‌بعدی و جامد گونه نمونه‌های ژل امولسیون بوده که حتی در مقادیر بالای فرکانس نیز پایدار است. پارامترهای حاصل از برازش بر داده‌های مدول الاستیک (n'،K') و مدول ویسکوز (n''،K'') با استفاده از معادله قانون توان در جدول ۳ ارائه شده است. مقادیر بالای R^2 (۰/۹۹ – ۰/۸۶) به‌دست آمده از این برازش‌ها بیانگر مناسب بودن مدل قانون توان برای پیش‌بینی میزان وابستگی به فرکانس مدول‌های الاستیک و ویسکوز است. نتایج نشان داد که غلظت کاپاکاراگینان اثر بسیار معنی‌داری بر پارامترهای K' و K'' دارد. مقادیر K' و K'' به‌دست آمده در نمونه شاهد به‌ترتیب برابر با ۵۳۱۱/۸ و ۹۳۹/۹ Pa بودند. در نمونه‌های ژل امولسیون حاوی پلی کاپاکاراگینان، با افزایش غلظت صمغ از ۰/۱ تا ۰/۷ درصد، مقدار پارامترهای K' و K'' به‌طور مستقیم افزایش پیدا کرده و به‌ترتیب در محدوده‌های ۱۵۹۳۹/۴–۸۷۶۲/۲ پاسکال و ۲۳۸۸/۷–۱۶۲۶/۶ پاسکال قرار داشتند. افزایش مقادیر K' و K'' در حضور کاپاکاراگینان بیانگر افزایش استحکام سیستم ژل امولسیونی ایزوله پروتئین آب پنیر به‌دلیل توانایی این پلی‌ساکارید در تشکیل شبکه‌های سه‌بعدی قدرتمند است.



شکل ۲- وابستگی به کرنش متغیر مدول الاستیک (G') و مدول ویسکوز (G'') ژل‌های پر شده امولسیونی به‌عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان

Fig. 2. Strain sweep dependency of elastic modulus (G') and viscose modulus (G'') of emulsion-filled gels as a function of the *k*-Carrageenan concentration

جدول ۲- پارامترهای رئولوژیکی دینامیکی ژل‌های پر شده امولسیونی تعیین شده توسط آزمون کرنش متغیر

Table 2- Dynamic rheological parameters of emulsion-filled gels determined by the strain sweep test

k-Carrageenan (%) کاپاکاراگینان	$G'_{(LVE)}$ (Pa) مدول الاستیک در ناحیه خطی	$G''_{(LVE)}$ (Pa) مدول ویسکوز در ناحیه خطی	$\tan \delta_{LVE}$ (-) مدول اتلاف	γ_L (%) ناحیه کرنش خطی	G_F (Pa) مدول در نقطه تقاطع	τ_F (Pa) تنش در نقطه جریان	γ_F (%) کرنش در نقطه جریان
0.0	4438.3 ± 313.8 ^{e}	751.4 ± 53.1 ^{d}	0.17 ± 0.01 ^{a}	2.53 ± 0.16 ^{a}	1053.4 ± 59.6 ^{c}	327.76 ± 15.30 ^{d}	22.08 ± 0.94 ^{a}
0.1	8875.3 ± 313.8 ^{d}	1512.8 ± 59.9 ^{c}	0.17 ± 0.01 ^{a}	1.51 ± 0.10 ^{b}	1364.2 ± 77.2 ^{bc}	407.23 ± 16.13 ^{bc}	22.93 ± 0.65 ^{a}
0.3	11426.7 ± 646.4 ^{c}	1736.1 ± 61.4 ^{bc}	0.15 ± 0.01 ^{ab}	1.24 ± 0.08 ^{bc}	1447.9 ± 92.1 ^{b}	454.39 ±15.42 ^{ab}	22.85 ± 0.97 ^{a}
0.5	13548.9 ± 574.8 ^{b}	1883.8 ± 53.3 ^{ab}	0.14 ± 0.00 ^{b}	1.13 ± 0.09 ^{bc}	1706.2 ± 72.4 ^{b}	475.82 ± 23.55 ^{a}	17.52 ± 0.62 ^{b}
0.7	15883.5 ± 629.0 ^{a}	2066.7 ± 76.0 ^{a}	0.13 ± 0.00 ^{b}	0.86 ± 0.05 ^{c}	2790.1 ± 125.3 ^{a}	344.37 ± 9.74 ^{cd}	9.73 ± 0.48 ^{c}

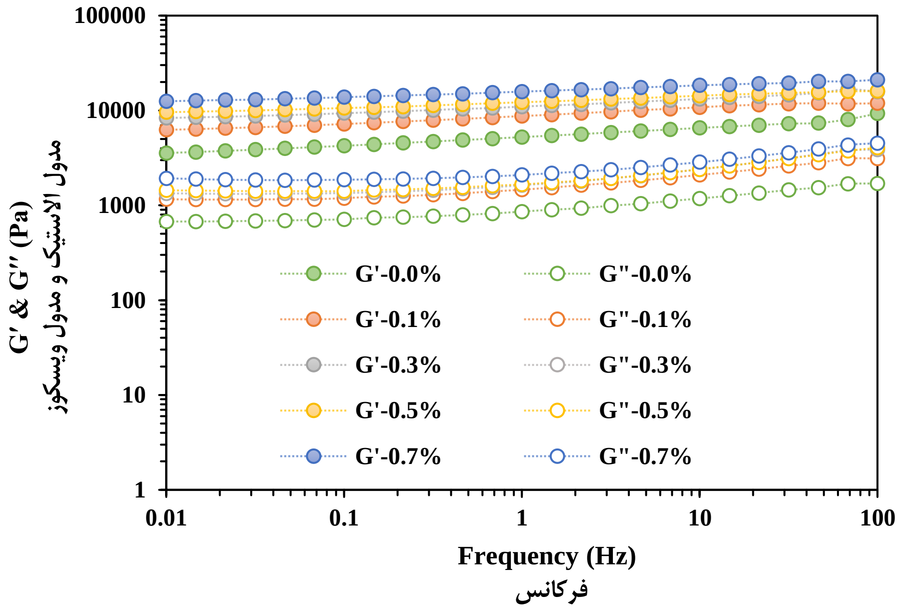
بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در P<۰/۰۵ است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at $P < 0.05$. Data are means ± standard deviation.

پارامترهای n' و n'' می‌توانند برای مشخص کردن خواص ویسکوالاستیک نمونه‌ها مورد بررسی قرار بگیرند به‌طوری‌که در ژل‌های کاملاً الاستیک که وابستگی به فرکانس از خود نشان نمی‌دهند، مقدار پارامترهای n' و n'' برابر با صفر است، در حالی‌که مقادیر n' و n'' بالاتر از صفر نشان‌دهنده آن است که ژل‌ها به فرکانس وابسته بوده و خاصیت الاستیک کمتری دارند (Razi *et al.*, 2018; Yang *et al.*, 2021; Salahi *et al.*, 2022b). طبق جدول ۳، مقدار پارامترهای n' و n'' به‌ترتیب در محدوده‌های ۰/۰۹۵–۰/۰۵۰ و ۰/۱۱۶–۰/۰۹۰ متغیر و نزدیک به مقدار مربوط به ژل حقیقی (صفر) بودند. این مقادیر نشان می‌دهد که مدول الاستیک نمونه‌ها تقریباً مستقل از فرکانس است که نشان‌دهنده الاستیسیته و قدرت بالای ساختار ژل‌های امولسیونی تهیه شده است. این عدم وابستگی با افزایش غلظت کاپاکاراگینان تقویت شد به‌طوری‌که کمترین مقدار پارامترهای n' و n'' در نمونه ژل امولسیون حاوی ۰/۷ درصد از این صمغ ثبت شد. مقدار n' در تمامی نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده کمتر از n'' است. این بدان معنی است که با

کاهش فرکانس، سرعت کاهش در مقدار K' کمتر از سرعت کاهش در مقدار K'' است (Moreno *et al.*, 2020). مقادیر n' و n'' گزارش شده برای صمغ کاپاکاراگینان در غلظت ۱ درصد و در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد به‌ترتیب برابر با ۰/۰۵، و ۰/۰۸ بودند (Alghooneh, 2019).

نسبت پارامتر K'' به پارامتر K' (K''/K') نیز می‌تواند برای ارزیابی قدرت ژل‌ها مورد استفاده قرار بگیرد به‌طوری‌که افزایش شدت رفتار جامد نمونه‌ها با افزایش بیشتر K' نسبت به K'' همراه است. همان‌طور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود، مقدار K''/K' در تمامی نمونه‌ها کمتر از ۱ بوده و در محدوده ۰/۱۳ تا ۰/۱۹ قرار دارد که نشان‌دهنده ساختارهای ژلی قدرتمند در نمونه‌های ژل امولسیون تشکیل شده است. در نمونه شاهد مقدار K''/K' برابر با ۰/۱۸ بوده، با افزایش غلظت کاپاکاراگینان مقدار این پارامتر کاهش پیدا کرده و به مقدار ۰/۱۵ در غلظت ۰/۷ درصد از این پلی‌ساکارید می‌رسد که نشان‌دهنده تشکیل ساختار ژلی قدرتمند در این نمونه است.



شکل ۳- وابستگی به فرکانس متغیر مدول الاستیک (G') مدول ویسکوز (G'') ژل‌های پر شده امولسیونی به‌عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان

Fig. 3. Frequency sweep dependency of elastic modulus (G') and viscose modulus (G'') of emulsion-filled gels as a function of the k-Carrageenan concentration

جدول ۳- پارامترهای رئولوژیکی دینامیکی ژل‌های پر شده امولسیونی تعیین شده با آزمون فرکانس متغیر

Table 3- Dynamic rheological parameters of emulsion-filled gels determined by the frequency sweep test

k-Carrageenan (%)	$G' = K' \times (\omega)^{n'}$			$G'' = K'' \times (\omega)^{n''}$			$K''/K'(-)$
	K'(Pa)	$n'(-)$	R^2	K''(Pa)	$n''(-)$	R^2	
0.0	5311.8 ± 187.8 [d]	0.095 ± 0.005 [a]	0.988	939.9 ± 33.2 [c]	0.116 ± 0.009 [a]	0.934	0.18 ± 0.01 [a]
0.1	8767.2 ± 248.0 [c]	0.079 ± 0.004 [b]	0.986	1626.6 ± 69.0 [b]	0.117 ± 0.007 [a]	0.941	0.18 ± 0.01 [a]
0.3	11212.7 ± 412.3 [b]	0.070 ± 0.003 [bc]	0.983	1865.7 ± 92.3 [b]	0.120 ± 0.005 [a]	0.913	0.17 ± 0.01 [ab]
0.5	12298.5 ± 434.8 [b]	0.060 ± 0.003 [cd]	0.995	1922.1 ± 68.2 [b]	0.110 ± 0.003 [ab]	0.888	0.16 ± 0.01 [ab]
0.7	15939.4 ± 721.3 [a]	0.050 ± 0.002 [d]	0.996	2388.7 ± 94.6 [a]	0.090 ± 0.004 [b]	0.863	0.15 ± 0.01 [b]

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در P<۰/۰۵ است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at P < 0.05. Data are means ± standard deviation.

در ادامه، پارامترهای شبکه‌ای نمونه‌های ژل امولسیون تهیه شده شامل قدرت اتصالات (A) و تعداد اتصالات (یا توسعه شبکه) (z) از طریق برازش داده‌های مدول کمپلکس (G^*) در برابر فرکانس با مدل قانون توان، مورد بررسی قرار گرفتند. این پارامترها می‌توانند آگاهی‌های ارزشمندی در زمینه ساختارهای رئولوژیکی و خواص ماکروسکوپی در نمونه‌های ژل را نشان دهند به این شکل که ماده به عنوان شبکه‌ای از واحدها در نظر گرفته می‌شود که با یکدیگر برهمکنش داشته و ساختار ژل را تشکیل می‌دهند. تعداد گره‌ها و

رشته‌ها، و قدرت برهمکنش بین این اجزاء به‌منظور ایجاد یک شبکه سه‌بعدی به‌ترتیب توسط پارامترهای z و A مورد مطالعه قرار می‌گیرند (Yu *et al.*, 2020; Khubber *et al.*, 2021;Anvari & Joyner, 2017). همان‌طور که در جدول ۴ ارائه شده است، مقادیر پارامتر A در نمونه‌های ژل امولسیون مرکب بالاتر از مقدار آن در نمونه شاهد (۵۳۸۰/۱ $Pa.s^{1/z}$) بوده و بیشترین مقدار این پارامتر در نمونه حاوی ۰/۷ درصد از کاپاکاراگینان (۱۶۰۹۶/۷ $Pa.s^{1/z}$) مشاهده شد. افزایش مقدار پارامتر A در ژل‌های مرکب احتمالاً به‌دلیل ایجاد برهمکنش‌های مناسب بین ایزوله پروتئین آب پنیر و پلی‌ساکاریدها بوده که منجر به افزایش استحکام نمونه‌های ژل امولسیون می‌شود (Yu *et al.*, 2020; Khubber *et al.*, 2021). مقادیر پارامتر z در ژل‌های امولسیونی مرکب در بازه ۱۶/۴۱-۱۲/۱۴ ثبت شد که بالاتر از مقدار این پارامتر در نمونه شاهد (۱۰/۰۵) بوده و همانند پارامتر A، بیشترین مقدار پارامتر z نیز در نمونه حاوی ۰/۷ درصد از کاپاکاراگینان مشاهده شد. مقدار پارامتر z می‌تواند تعیین‌کننده سختی و عدم انعطاف‌پذیری شبکه باشد و افزایش مقدار آن نشان می‌دهد که تعداد گره‌ها و رشته‌های متقابل شبکه ژل امولسیون ایزوله پروتئین افزایش پیدا کرده و شبکه ژلی گسترده‌تر شده است و افزایش ضریب A نشان می‌دهد که بزرگی برهمکنش‌ها افزایش یافته است (Salahi *et al.*, 2022b;Gabriele *et al.*, 2009). بر این اساس، می‌توان گفت که نمونه حاوی ۰/۷ درصد از کاپاکاراگینان دارای پیچیده‌ترین ساختار و بالاترین سطح برهمکنش‌های بین پروتئین و پلی‌ساکارید است.

ویژگی‌های مکانیکی بافتی

مدول ظاهری الاستیسیته

مدول ظاهری الاستیسیته معیاری برای بیان سفتی ژل‌ها است (Oliver *et al.*, 2015). مقدار این پارامتر در نمونه ژل امولسیون شاهد برابر با ۲۳/۲۲ kPa بود (جدول ۵). نتایج نشان داد که در حضور صمغ کاپاکاراگینان و با افزایش غلظت آن از ۰/۱ تا ۰/۷ درصد، مقدار مدول ظاهری الاستیسیته به‌طور مستقیم افزایش پیدا کرده و در محدوده ۳۰/۶۲-۵۸/۹۶ kPa قرار داشت. با افزایش غلظت پلی‌ساکاریدها و افزایش دافعه بین پروتئین‌ها و پلی‌ساکاریدها، غلظت موضعی و اتصال بین تجمعات پروتئینی افزایش پیدا کرده که می‌تواند دلیلی برای افزایش سفتی ژل‌ها باشد (Munialo *et al.*, 2016). ولد وان دی و دی جونگ (van de Velde & de Jong, 2007) گزارش کردند که در ژل‌های مخلوط پروتئین آب پنیر و پلی‌ساکاریدها با چگالی بار متفاوت تهیه شده با روش ژل‌سازی سرد القاء شده با اسید، سفتی ژل‌ها با ریزساختار آنها مرتبط بوده به‌طوری‌که نتایج نشان داد که تعداد رشته‌های مؤثر[1] و مدول رشته‌ها[2] با مدول ظاهری الاستیسیته آنها رابطه مستقیمی دارد.

تنش شکست واقعی

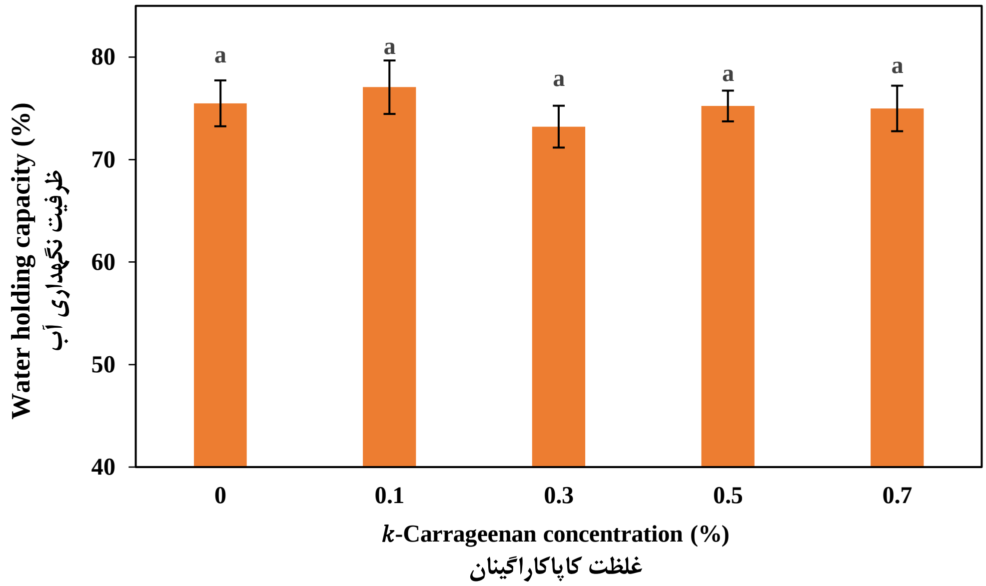
مقدار تنش شکست واقعی در نمونه شاهد برابر با ۱۰/۳۹ kPa بود (جدول ۵). در حضور صمغ کاپاکاراگینان به غیر از غلظت ۰/۳ درصد که کمترین میزان تنش شکست واقعی را در بین تمام نمونه‌ها داشت (۹/۶۷ kPa)، در سایر سطوح غلظتی کاپاکاراگینان، مقدار این پارامتر افزایش پیدا کرده و بیشترین مقدار آن در غلظت ۰/۷ درصد از این پلی‌ساکارید مشاهده شد. در این نوع از ژل‌های مرکب، افزایش تنش شکست ممکن است ناشی از کاهش تخلخل و افزایش همگنی شبکه ژلی با افزایش درصد پلی‌ساکاریدها (Jang Babaei *et al.*, 2019; & Matsubara, 2005) و یا افزایش غلظت موضعی و اتصالات بین تجمعات پروتئین‌ها (Çakır & Foegeding, 2011) باشد. مونیالو و همکاران (Munialo *et al.*, 2016) دریافتند که در ژل‌های مخلوط ایزوله پروتئین آب پنیر و پولولان، با افزایش سطح صمغ از ۰ تا ۰/۱ درصد، مقدار تنش شکست نمونه افزایش و با افزایش غلظت صمغ از ۰/۱ تا ۰/۲ درصد، تنش شکست نمونه‌ها به میزان قابل توجهی کاهش پیدا می‌کرد. آنها بیان کردند که کاهش تنش شکست نشان‌دهنده آن است که حضور پولولان ساختار شبکه سه‌بعدی ژل را مختل می‌کند. آنها همچنین بیان کردند که کاهش تنش شکست ژل‌ها ممکن است به تجمع استرس در نقاط تماس بین مولکول‌های پروتئین و پلی‌ساکارید نسبت داده شود که باعث افزایش ناهمگنی در ماتریکس ژل و در نتیجه کاهش تنش شکست می‌شود.

کرنش شکست واقعی

کرنش شکست انعکاسی از ضعیف‌ترین نقطه در شبکه فضایی فاز جامد است و می‌تواند به‌عنوان معیاری برای تغییر شکل‌پذیری ژل‌ها در نظر گرفته شود (Vilela *et al.*, 2011;Munialo *et al.*, 2016). مقدار کرنش شکست واقعی در نمونه شاهد برابر با ۰/۵۷ بود (جدول ۵). در غلظت ۰/۱ درصد از صمغ کاپاکاراگینان، مقدار کرنش شکست نسبت به نمونه شاهد اندکی کاهش پیدا کرد (۰/۵۶) (P>۰/۰۵) اما در غلظت ۰/۳ درصد از این پلی‌ساکارید، مقدار کرنش شکست به مقدار بسیار قابل توجهی کاهش پیدا کرد (P<۰/۰۵) و به مقدار ۰/۲۴ رسید. در غلظت‌های ۰/۵ و ۰/۷ درصد کاپاکارگینان، مقدار کرنش شکست واقعی مشابه بوده و وابستگی قابل توجهی به غلظت صمغ نداشت و از نظر آماری بین این دو نمونه اختلاف معنی‌داری مشاهده نشد

1- Number of effective strands
2- Modulus of the strands

(P>۰/۰۵) که این امر نشان می‌دهد نمونه‌ها از نظر مقدار کرنش شکست به تعادل رسیده‌اند. به‌طور مشابه، ویلیلا و همکاران (Vilela *et al*., 2011) در مطالعه خود روی ژل‌های مخلوط ایزوله پروتئین سویا-صمغ ژلان القاء شده با نمک $CaCl_2$ دریافتند که مقادیر کرنش شکست مستقل از افزایش غلظت پلی‌ساکارید از ۰/۳ تا ۰/۷ درصد است که نشان می‌دهد این ویژگی تنها به‌وسیله برهمکنش‌های رخ داده بین بیوپلیمرها کنترل می‌شود.



شکل ٤- اثر غلظت کاپاکاراگینان بر ظرفیت نگهداری آب ژل‌های پر شده امولسیونی

Fig. 4. Effect of *k*-Carrageenan concentration on the water holding capacity of emulsion-filled gels

جدول ٤- پارامترهای قدرت شبکه (A) و گسترش شبکه (z) ژل‌های پر شده امولسیونی

Table 4- The parameters of strength of network (A) and the network extension (z) of emulsion-filled gels

***k*-Carrageenan (%)** کاپاکاراگینان	**A (Pa. $s^{1/z}$)** قدرت شبکه	**z (-)** گسترش شبکه	**R^2** ضریب تعیین
0.0	5380.1 ± 228.3 [d]	10.05 ± 0.38 [c]	0.977
0.1	8929.4 ± 315.7 [c]	12.14 ± 0.34 [b]	0.994
0.3	11313.3 ± 480.5 [b]	12.72 ± 0.54 [b]	0.997
0.5	12446.7 ± 352.0 [b]	15.73 ± 0.56 [a]	0.994
0.7	16096.7 ± 637.4 [a]	16.41 ± 0.56 [a]	0.995

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در P<۰/۰۵ است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at P < 0.05. Data are means ± standard deviation.

جدول ۵- خواص مکانیکی ژل‌های پر شده امولسیونی اندازه‌گیری شده توسط آزمون فشاری تک محوره

Table 5- Mechanical properties of emulsion-filled gels measured by the uniaxial compression test

***k*-Carrageenan (%)** کاپاکاراگینان	**Initial tangent modulus (kPa)** مدول ظاهری الاستیسیته	**True fracture stress (kPa)** تنش شکست واقعی	**True fracture strain (-)** کرنش شکست واقعی	**Fracture energy (mJ)** انرژی شکست
0.0	23.22 ± 1.16 [d]	10.39 ± 0.83 [cd]	0.58 ± 0.04 [a]	22.65 ± 2.97 [b]
0.1	30.58 ± 2.62 [c]	11.17 ± 0.57 [c]	0.56 ± 0.03 [a]	27.57 ± 2.42 [a]
0.3	46.51 ± 2.59 [b]	9.67 ± 0.76 [d]	0.24 ± 0.03 [c]	9.15 ± 1.54 [e]
0.5	49.29 ± 3.72 [b]	12.99 ± 1.17 [b]	0.31 ± 0.02 [b]	13.60 ± 1.29 [d]
0.7	62.96 ± 2.76 [a]	16.78 ± 1.22 [a]	0.34 ± 0.03 [b]	19.70 ± 2.71 [c]

بالانویس‌های مختلف در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت قابل توجهی در P<۰/۰۵ است. داده‌ها میانگین ± انحراف معیار هستند.

Different superscripts in each column represent a significant difference at P < 0.05. Data are means ± standard deviation.

انرژی شکست

این پارامتر به‌عنوان مقدار انرژی مورد نیاز بـرای فشـرده‌سازی نمونه تا نقطه شکست محاسبه می‌شود. مقدار پارامتر انرژی شکست در نمونه شاهد برابر با ۲۴/۶۵ mJ بود (جدول ۵). در حضـور غلظـت ۰/۱ درصد از صمغ کاپاکاراگینان، مقدار انرژی شکست افزایش پیـدا می‌کند، اما با ادامه افزایش غلظت این صمغ بـه ۰/۳ درصـد، مقـدار این پارامتر کاهش پیدا کرده برابر با ۹/۱۵ mJ می‌شود. کاهش شدید میزان انرژی شکست در غلظت ۰/۳ درصد به‌دلیل کاهش قابل توجه انرژی شکست در این نمونه‌ها اسـت. در ادامـه، بـا افـزایش غلظـت صمغ به سطح ۰/۵ و ۰/۷ درصد، مجدداً میزان انرژی شکست رونـد افزایش پیدا کرده و در غلظت ۰/۷ درصد به مقدار ۱۹/۷۰ mJ مـی‌رسد. ژل‌های با انرژی شکست کمتر در طی فرآوری دهانی راحت‌تـر به قطعات کوچک‌تر تجزیه شـده و بـه تعـداد سـیکل‌هـای جویـدن کمتری نیاز دارند (Luo *et al.*, 2020).

ظرفیت نگهداری آب

ظرفیت نگهداری آب نقش مهمی در ارزیـابی کیفیـت ژل دارد و به ریزساختار، فعل و انفعالات بین ماتریکس ژل و آب و بـرهمکنش های بین پروتئین و پلی‌ساکارید مرتبط است (Yang *et al.*, 2021; Zhao *et al.*, 2020). شکل ۴ ظرفیـت نگهـداری نمونـه‌هـای ژل امولسیون را به‌عنوان تابعی از غلظت کاپاکاراگینان نشان می‌دهـد. در نمونه شاهد میزان ظرفیت نگهداری آب برابر با ۷۵/۴۹٪ بود. نتـایج نشان داد که نمونه‌های ژل امولسیون حـاوی ۰/۱ و ۰/۳ درصـد بـه ترتیب دارای بیشـترین (۷۷/۰۶ درصـد) و کمتـرین (۷۳/۲۱ درصـد) میزان ظرفیت نگهداری آب نسبت به نمونـه شـاهد هسـتند (۷۵/۴۹ درصد). بـا ایـن حـال از نظـر آنـالیز آمـاری، غلظـت‌هـای مختلـف کاپاکاراگینان تأثیر معنی‌داری بر ایـن پـارامتر نداشـتند ($P > ۰/۰۵$). پلی ساکاریدها می‌توانند اثرات متفاوتی بر ظرفیت نگهداری ژل‌هـای مبتنی بر پروتئین داشته باشند. به‌عنوان مثـال ژانـگ و وردهانـابوتی (Vardhanabhuti & Zhang, 2014) و فوگـدینگو ککـر (Çakır, Foegeding & 2011)، ون دن برگ و همکاران (van den Berg *et al.*, 2007) و صـلاحی و همکـاران (Salahi *et al.*, 2022b) گزارش کردند که، بـه‌ترتیـب، در ژل‌هـای مرکـب حاصـل از ایزولـه پروتئین آب پنیر بـا پلـی‌سـاکاریدهای پکتـین بـا متوکسـیل پـایین، کاپاکاراگینان، ژلان با متوکسیل پایین و آگار، ظرفیت نگهـداری آب در حضور پلی‌ساکاریدها کاهش پیدا می‌کرد. این پژوهشگران اظهـار داشتند که تفاوت در ظرفیت این ژل‌های مرکب در حفظ فاز آبـی در شبکه خود در طـول سـانتریفیوژ بـا تفـاوت‌هـای مشـاهده شـده در برهمکنش‌های پروتئین-پلی ساکارید و ویژگی‌های ریزساختاری آنها مطابقت دارد؛ به‌طوری‌که با افزایش غلظت پلی‌سـاکارید تغییـری در ریزساختار ژل‌ها از حالت هموژن در نمونه شاهد به حالت دوپیوسـته[1] در ژل‌های مرکب مشـاهده شـده اسـت. در طـرف مقابـل، رضـی و همکاران (Razi *et al.*, 2018) و صلاحی و همکـاران (Salahi *et al.*, 2022a) گزارش کردند صمغ دانه ریحان باعث افزایش ظرفیت نگهداری آب به‌ترتیب در ژل‌های مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر و آلبومین تخم‌مرغ می‌شود که به‌دلیل تعامل بـین مولکـولی قدرتمنـد بین سیستم‌های پروتئین-پلی‌ساکارید بود.

نتیجه‌گیری

در این پژوهش امکان تولید ژل‌های پر شده امولسیونی به روش سرد مبتنی بر ایزوله پروتئین آب پنیر به‌عنوان تابعی از غلظـت پلـی ساکارید کاپاکاراگینان بررسـی شـد. نمونـه‌هـای تهیـه شـده تحـت آزمون‌های برشی پایا، کرنش متغیر، فرکانس متغیر، TPA و ظرفیت نگهداری آب قرار گرفتند. نتایج حاصل از آزمون برشی پایا و بـرازش داده‌ها با مدل قانون توان، بیانگر رفتار به شدت غیر نیوتنی و تضعیف شونده با بـرش نمونـه ژل امولسـیون شـاهد بـوده امولسـیون بـوده (n=۰/۰۶۴) و استفاده از صمغ کاپاکاراگینان در تمامی سطوح غلظتی مورد مطالعه ۰/۷ -۰/۱ درصد) این رفتار تضعیف شونده بـا بـرش را تشدید می‌کرد (۰/۰۱۹ > n >۰/۰۳۸) که مـی‌تواننـد باعـث احسـاس دهانی مطلوب شود. بر پایه اطلاعات به‌دسـت آمـده از آزمـون‌هـای برشی ناپایا (کرنش متغیر و فرکانس متغیر) می‌تـوان بیـان کـرد کـه حضور کاپاکاراگینان منجر به تقویت ساختمان شـبکه ژل امولسـیون ایزوله پروتئین آب پنیر و توسعه رفتار شبه جامد آن شده به‌طوری‌که بیشترین مقدار مدول الاسـتیک و کمتـرین مقـدار مـدول اتـلاف در آزمون کرنش متغیر و بیشـترین مقـدار K' و کمتـرین مقـدار n' در آزمون فرکـانس متغیـر در نمونـه ژل امولسـیون حـاوی ۰/۷ درصـد کاپاکاراگینان مشاهده شد. طبق نتایج آزمون TPA، به‌طور میانگین، در حضور صمغ کاپاکاراگینـان مـدول ظـاهری الاستیسـیته و تـنش شکست واقعی افـزایش و مقـدار کـرنش شکسـت واقعـی و انـرژی شکست کاهش پیدا کرد که بیـانگر افـزایش تـردی نمونـه‌هـای ژل امولسیون است. از نظر آماری، غلظت‌های مختلف کاپاکارگینان تأثیر معنی‌داری بر مقدار پارامتر ظرفیت نگهداری آب نداشت. نتـایج ایـن پژوهش می‌تواند در طراحی سیستم‌های غذایی نوین از نظر بـافتی و نیز حفظ، انتقال و رهایش ترکیبـات ریزمغـذی و طعمـی در محـیط دهان و دستگاه گوارش مفید باشد.

1- Bicontinous

تعارض منافع

نویسندگان اعلام می‌کنند که هیچ تعارض منافعی ندارند.

میزان مشارکت

محمّدرضا صلاحی: انجام آزمایشات، تحقیق و بررسی، روش‌شناسی، مدیریت داده‌ها، نوشتن-پیش‌نویس اصلی، **سید محمّدعلی رضوی:** مدیریت داده‌ها، مدیریت پروژه، نظارت، **محبّت محبّی:** مدیریت پروژه، نظارت.

منابع تأمین مالی

این مقاله از رساله دکتری آقای محمّدرضا صلاحی با حمایت مالی دانشگاه فردوسی مشهد با شماره طرح ۳/۴۹۹۳۹ ارائه شده است که به این وسیله قدردانی می‌شود.

References

1. Alavi, F., Emam-Djomeh, Z., Mohammadian, M., Salami, M., & Moosavi-Movahedi, A.A. (2020). Physico-chemical and foaming properties of nanofibrillated egg white protein and its functionality in meringue batter. *Food Hydrocolloids*, *101*, 105554. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105554
2. Alghooneh, A. (2019). *Biopolymers identification and clustering based on rheological, thermal, and structural properties*. (Ph.D. thesis), Ferdowsi University of Mashhad. (In Persian)
3. Anvari, M., Joyner, H.S. (2017). Effect of fish gelatin-gum arabic interactions on structural and functional properties of concentrated emulsions. *Food Research International*, *102*, 1-7. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.085
4. Babaei, J., Mohammadian ,M., & Madadlou, A. (2019). Gelatin as texture modifier and porogen in egg white hydrogel. *Food Chemistry*, *270*, 189-195. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.109
5. Bao, H., Ni, Y., Dong, H., & Liang, L. (2020). α-Tocopherol and resveratrol in emulsion-filled whey protein gels: Co-encapsulation and in vitro digestion. *International Dairy Journal*, *104*, 104649. https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2020.104649
6. Behrouzain, F., & Razavi, S.M.A. (2020). Structure-rheology relationship of basil seed gum-whey protein isolate mixture: Effect of thermal treatment and biopolymer ratio. *Food Hydrocolloids*, *102*, 105608. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105608
7. Çakır, E., & Foegeding, E.A. (2011). Combining protein micro-phase separation and protein–polysaccharide segregative phase separation to produce gel structures. *Food Hydrocolloids*, *25*(6), 1538-1546. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.02.002
8. Chen, H., Mao, L., Hou, Z., Yuan, F., & Gao, Y. (2020). Roles of additional emulsifiers in the structures of emulsion gels and stability of vitamin E. *Food Hydrocolloids*, *99*, 105372. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105372
9. de Jong, S., & van de Velde, F. (2007). Charge density of polysaccharide controls microstructure and large deformation properties of mixed gels. *Food Hydrocolloids*, *21*(7), 1172-1187. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.09.004
10. Farjami, T., & Madadlou, A. (2019). An overview on preparation of emulsion-filled gels and emulsion particulate gels. *Trends in Food Science and Technology*, *86*, 85-94. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.02.043
11. Gabriele, D., Migliori, M., Di Sanzo, R., Rossi, C.O., Ruffolo, S.A., & De Cindio, B. (2009). Characterisation of dairy emulsions by NMR and rheological techniques. *Food Hydrocolloids*, *23*(3), 619-628. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.05.002
12. Hyun, K., Kim, S.H., Ahn, K.H., & Lee, S.J. (2002). Large amplitude oscillatory shear as a way to classify the complex fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, *107*, 51-65. https://doi.org/10.1016/S0377-0257(02)00141-6
13. Jang, B.-K., & Matsubara, H. (2005). Influence of porosity on hardness and Young's modulus of nanoporous EB-PVD TBCs by nanoindentation. *Materials Letters*, *59*(27), 3462-3466. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.014
14. Jiang, S., Altaf hussain, M., Cheng, J., Jiang, Z., Geng, H., & Sun, Y. (2018). Effect of heat treatment on physicochemical and emulsifying properties of polymerized whey protein concentrate and polymerized whey protein isolate. *LWT-Food Science and Technology*, *98*, 134–140. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.08.028
15. Kazemi-Taskooh, Z., & Varidi, M. (2021). Designation and characterization of cold-set whey protein-gellan gum hydrogel for iron entrapment. *Food Hydrocolloids*, *111*, 106205. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106205
16. Khubber, S., Chaturvedi, K., Thakur, N., Sharma, N., & Yadav, S.K. (2021). Low-methoxyl pectin stabilizes low-fat set yoghurt and improves their physicochemical properties, rheology, microstructure and sensory liking. *Food Hydrocolloids*, *111*, 106240. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106240

17. Liu, F., Liang, X., Yan, J., Zhao, S., Li, S., Liu, X., & McClements, D.J. (2022). Tailoring the properties of double-crosslinked emulsion gels using structural design principles: Physical characteristics, stability, and delivery of lycopene. *Biomaterials*, *280*, 121265. https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2021.121265
18. Liu, K., Stieger, M., van der Linden, E., & van de Velde, F. (2015). Fat droplet characteristics affect rheological, tribological and sensory properties of food gels. *Food Hydrocolloids*, *44*, 244-259. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.09.034
19. Lu, Y., Mao, L., Hou, Z., Miao, S., & Gao, Y. (2019). Development of emulsion gels for the delivery of functional food ingredients: from structure to functionality. *Food Engineering Reviews*, *11*(4), 245-258. https//:doi.org/10.1007/s12393-019-09194-z
20. Luo, N., Ye, A., Wolber, F.M., & Singh, H. (2020). In-mouth breakdown behaviour and sensory perception of emulsion gels containing active or inactive filler particles loaded with capsaicinoids. *Food Hydrocolloids*, *108*, 106076. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106076
21. Maltais, A., Remondetto, G.E., & Subirade, M. (2010). Tabletted soy protein cold-set hydrogels as carriers of nutraceutical substances. *Food Hydrocolloids, 24*, 518–524. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.11.016
22. Mao, L., Miao, S., Yuan, F., & Gao, Y. (2018). Study on the textural and volatile characteristics of emulsion filled protein gels as influenced by different fat substitutes. *Food Research International*, *103*, 1-7. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.10.024
23. Marcotte, M., Hoshahili, A.R.T., & Ramaswamy, H.S. (2001). Rheological properties of selected hydrocolloids as a function of concentration and temperature. *Food Research International*, *34*(8), 695-703. https://doi.org/10.1016/S0963-9969(01)00091-6
24. Moreno, H.M., Domínguez-Timón, F., Díaz, M.T., Pedrosa, M.M., Borderías, A.J., & Tovar, C.A. (2020). Evaluation of gels made with different commercial pea protein isolate: Rheological, structural and functional properties. *Food Hydrocolloids*, *99*, 105375. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105375
25. Munialo, C.D., van der Linden, E., Ako, K., Nieuwland, M., Van As, H., & de Jongh, H.H.J. (2016). The effect of polysaccharides on the ability of whey protein gels to either store or dissipate energy upon mechanical deformation. *Food Hydrocolloids*, *52*, 707-720. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.013
26. Oliver, L., Scholten, E., & van Aken, G.A. (2015). Effect of fat hardness on large deformation rheology of emulsion-filled gels. *Food Hydrocolloids*, *43*, 299-310. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.031
27. Razi, S.M., Motamedzadegan, A., Shahidi, A., & Rashidinejad, A. (2018). The effect of basil seed gum (BSG) on the rheological and physicochemical properties of heat-induced egg albumin gels. *Food Hydrocolloids*, *82*, 268-277. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.01.013
28. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2022a). Physicochemical, rheological and structural properties of cold-set emulsion-filled gels based on whey protein isolate-basil seed gum mixed biopolymers. *Food Biophysics*, *17*(4), 635-649. https://doi.org/10.1007/s11483-022-09751-w
29. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2022b). Analyzing the effects of agar gum on the textural and rheological properties of cold-set whey protein isolate emulsion-filled gel. *Research and Innovation in Food Science and Technology*. https://doi.org/10.22101/JRIFST.2022.318480.1303
30. Salahi, M.R., Razavi, S.M.A., & Mohebbi, M. (2024). Impact of *Lallemantia royleana* seed mucilage on the physicochemical, textural, rheological, and in-mouth breakdown behavior properties of cold-set whey protein isolate emulsion-filled gel. *LWT*, *191*, 115691. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2023.115691
31. Sun, A., & Gunasekaran, S. (2009). Yield stress in foods: measurements and applications. *International Journal of Food Properties*, *12*(1), 70-101. https://doi.org/10.1080/10942910802308502
32. Urbonaite, V., De Jongh, H.H.J., Van der Linden, E., & Pouvreau, L. (2014). Origin of water loss from soy protein gels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *62*(30), 7550-7558. https://doi.org/10.1021/jf501728t
33. van den Berg, L., van Vliet, T., van der Linden, E., van Boekel, M.A.J.S., & van de Velde, F. (2007). Serum release: The hidden quality in fracturing composites. *Food Hydrocolloids*, *21*(3), 420-432 . https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.05.002
34. Vilela, J.A.P., Cavallieri, Â.L.F., & Da Cunha, R.L. (2011). The influence of gelation rate on the physical properties/structure of salt-induced gels of soy protein isolate–gellan gum. *Food Hydrocolloids*, *25*(7), 1710-1718. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.012
35. Xiong, W., Ren, C., Tian, M., Yang, X., Li, J., & Li, B. (2017). Complex coacervation of ovalbumin-carboxymethylcellulose assessed by isothermal titration calorimeter and rheology: Effect of ionic strength and charge density of polysaccharide. *Food Hydrocolloids*, *73*, 41-50. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.06.031
36. Yang, Q., Wang, Y.-R., Li-Sha, Y.-J., & Chen, H.-Q. (2021). The effects of basil seed gum on the physicochemical and structural properties of arachin gel. *Food Hydrocolloids*, *110*, 106189. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106189

37. Yu, B., Zheng, L., Cui, B., Zhao, H., & Liu, P. (2020). The effects of acetylated distarch phosphate from tapioca starch on rheological properties and microstructure of acid-induced casein gel. *International Journal of Biological Macromolecules*, *159*, 1132-1139. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.05.049
38. Zhang, S., & Vardhanabhuti, B. (2014). Acid-induced gelation properties of heated whey protein−pectin soluble complex (Part II): Effect of charge density of pectin. *Food Hydrocolloids*, *39*, 95-103. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.020
39. Zhao, H., Chen, J., Hemar, Y., & Cui, B. (2020). Improvement of the rheological and textural properties of calcium sulfate-induced soy protein isolate gels by the incorporation of different polysaccharides. *Food Chemistry*, *310*, 125983. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125983